

Zusatzpatent zum Patent: —

Anmeldetag: 08.06.71 (WP C 07 c / 155 624)

Priorität: —

Ausgabetag: 20.05.72

Int. Cl.: C 07 c,  
127/22

Kl.: 12 o, 17/03

Erfinder zugleich Inhaber:

Hennicke, Dipl.-Chem. Rainer  
Schellenberger, Prof. Dr. Alfred

**Verfahren zur Herstellung von Acetylarnstoff  
bzw. Acetylarnstoff-Harnstoff-Gemischen**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Acetylarnstoff bzw. Acetylarnstoff-Harnstoff-Gemischen, insbesondere für die Tierernährung.

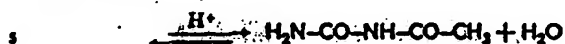
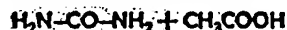
Es ist bekannt, daß Acetylarnstoff auf unterschiedlichsten Wegen hergestellt werden kann. So wird in der Literatur die Umsetzung von Harnstoff bzw. Harnstoffabkömmlingen mit Säurechloriden, Keten, Kohlenoxyd und Acetanhydrid beschrieben, wobei die Umsetzung mit Keten bzw. Acetanhydrid bisher technisch interessant war. Weiterhin wird die Herstellung über den Abbau von N-Heterocyclen (z. B. N-monosubstituierte Barbitursäuren, substituierte Methyluracile u. a.), die Verseifung von Acetylurethan und die Umsetzung von Isocyanensäure mit Acetamid bzw. Derivaten beschrieben. Der Nachteil aller bisher beschriebenen Methoden und Verfahren besteht darin, daß das Produkt für eine technische Anwendung zu kostenintensiv ist.

Zweck der Erfindung ist es, Acetylarnstoff preisgünstiger als nach dem bisher üblichen Acetanhydrid-Verfahren herzustellen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, Acetylarnstoff nach einem neuen verbesserten Verfahren herzustellen, das das gleiche Produkt mit einer besseren Ökonomie liefert.

Erfindungsgemäß läßt sich Acetylarnstoff, aus Harnstoff und Essigsäure darstellen.

Gemäß der Reaktionsgleichung



läßt sich das Gleichgewicht nach der gewünschten Seite verschieben, wenn man das entstehende Wasser aus dem Reaktionsgemisch entfernt. Das gelingt dadurch, daß man die Reaktion in einem geeigneten organischen Lösungsmittel durchführt, das beim Siedepunkt ein azeotropes Gemisch mit Wasser bildet und dadurch das Wasser kontinuierlich aus dem Reaktionsgemisch entfernt. Lewisäuren werden zur Beschleunigung der Reaktion benötigt, da Essigsäure eine zu geringe Carbonylaktivität aufweist.

Der Vorteil des neuen Verfahrens besteht darin, daß Essigsäure im Vergleich zu bisher eingesetztem Acetanhydrid preisgünstiger ist. Weiterhin kann die Reaktion bei jedem beliebigen Umsatz von Harnstoff zu Acetylarnstoff abgebrochen werden, wobei Harnstoff-Acetylarnstoff-Gemische gewünschter Zusammensetzung erhalten werden können, die perspektivisch einen Einsatz in der Tierernährung ermöglichen.

Die Erfindung soll nachstehend an zwei Ausführungsbeispielen näher erläutert werden.

Beispiel 1:

120 g Harnstoff werden in eine Lösung von 500 ml Benzol (Toluol) und 250 g Essigsäure (96%ig) gegeben, die

außerdem 15 ml Schwefelsäure (konz.) als Katalysator enthält. Es wird zum Sieden erhitzt und das Reaktionswasser mit Hilfe des Benzols (Toluols) weggeschleppt. Das Lösungsmittel wird nach beendeter Reaktion im Vakuum abdestilliert, das ausgefallene Produkt getrocknet bzw. umkristallisiert.  
Die Ausbeute beträgt 70% Benzol (24 Std.) und 75% Toluol (5 Std.).

Beispiel 2:

Es wird wie in Beispiel 1 verfahren, jedoch wird die Reaktor nach der halben Reaktionszeit abgebrochen und das entstandene Produkt (H : AH = 1 : 1) wie unter

Beispiel 1 aufgearbeitet.

Die Ausbeute bewegt sich in der gleichen Größenordnung.

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung von Acetylhamstoff bzw. Acetylhamstoff-Hamstoff-Gemischen, dadurch gekennzeichnet, daß Hamstoff mit Hilfe von Essigsäure unter Verwendung von Lewisäuren als Katalysatoren und Schleppmitteln zur Entfernung des entstehenden Reaktionswassers acyliert wird.